# (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出顧公開番号 特開2000-80277 (P2000 - 80277A)

(43)公開日 平成12年3月21日(2000.3.21)

(51) Int.Cl.7

識別記号

FΙ

テーマコート\*(参考)

CO8L 83/04 C08K 3/26 C08L 83/04

4J002

C08K 3/26

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 4 頁)

(21)出願番号

特顧平10-250621

(71)出顧人 000221111

ジーイー東芝シリコーン株式会社 東京都港区六本木6丁目2番31号

(22)出願日

平成10年9月4日(1998.9.4)

(72)発明者 未永 浩司

東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シ

リコーン株式会社内

(72)発明者 中島 正久

東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シ

リコーン株式会社内

(74)代理人 100063897

弁理士 古谷 馨 (外3名)

Fターム(参考) 43002 CP03V CP03X DE236 FD016

#### (54) 【発明の名称】 シリコーンオイルコンパウンド組成物

#### (57)【要約】

【課題】 広範囲温度においても粘度変化が小さく、粘 性流体封入ダンパーに好適なシリコーンオイルコンパウ ンド組成物を提供する。

【解決手段】 (1) 一般式(I)

RaSiO(4-a)/2

(1)

(式中、R は非置換または置換の同一または異種の炭素 数1~20の一価炭化水素基であり、aは 1.9~2.1 であ る)で示される25℃における粘度が5000cSt 以上のポリ オルガノシロキサン 100重量部、(2) ポリオルガノシル セスキオキサン粉末5~ 200重量部、(3) 軽質炭酸カル シウムおよび/または重質炭酸カルシウム1~ 150重量 部を主成分とする粘性流体封入ダンパー用のシリコーン オイルコンパウンド組成物。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記(1)、(2)、(3)を主成分とするシ リコーンオイルコンパウンド組成物。

#### (1) 一般式(1)

#### RaSiO(4-a)/2 (I)

(式中、R は非置換または置換の同一または異種の炭素 数1~20の一価炭化水素基であり、aは 1.9~2.1 であ る)で示される25℃における粘度が5000cSt 以上のポリ オルガノシロキサン 100重量部

- (2) ポリオルガノシルセスキオキサン粉末5~ 200重量 10
- (3) 軽質炭酸カルシウムおよび/または重質炭酸カルシ ウム1~ 150重量部

## 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の技術分野】本発明は、広範囲の温度において粘 度変化が小さく、特に粘性流体封入ダンパーに好適なシ リコーンオイルコンパウンド組成物に関する。

#### [0002]

【発明の技術的背景とその問題点】現在、自動車、建 築、電気・電子の各分野では防音、防振に対する関心が 高まり、これに伴い防振材料にもより高い性能が求めら れている。最近、防振特性を向上させたものとして、防 振ゴムの内部に粘性流体を封入したタイプのダンパーが 開発されており、実用化されている。この封入される粘 性流体としては、従来より鉱油、グリコール類などが使 用されてきたが、このような粘性流体を用いた場合は、 防振特性の温度依存性が大きく使用に適さない。そこ で、最近では温度依存性の小さいシリコーンオイルが使 用されている。封入する粘性流体をシリコーンオイルに 30 することにより、防振特性はある程度改善されている が、例えば、自動車用途などのように、寒冷地での低温 や真夏時の高温といった広範囲の温度での使用の場合に は、さらに温度依存性の小さい粘性流体が望まれてい た。また、特公平6-78776号公報には、シリコー ンオイルに固体粒子を混入したシリコーンオイルコンパ ウンドを粘性流体として用いるものが提案されている が、これらの固体粒子の添加配合によっても十分な効果 は得られなかった。

#### [0003]

【発明の目的】本発明は、上記問題を解決するために、 広範囲温度においても粘度変化が小さく、粘性流体封入 ダンパーに好適なシリコーンオイルコンパウンド組成物 を提供することを目的とする。

# [0004]

【発明の構成】本発明者らは上記目的を達成すべく鋭意 検討した結果、ポリオルガノシロキサンにポリオルガノ シルセスキオキサン粉末および炭酸カルシウムを配合す ることにより上記問題点の解決された粘性流体封入ダン

2 供することを見いだし、本発明を完成するに至った。す なわち本発明は、

#### (1) 一般式(I)

#### RaSiO(4-a)/2 (I)

(式中、R は非置換または置換の同一または異種の炭素 数1~20の一価炭化水素基であり、aは 1.9~2.1 であ る)で示される25℃における粘度が5000cSt 以上のポリ オルガノシロキサン 100重量部

- (2) ポリオルガノシルセスキオキサン粉末5~ 200重量
- (3) 軽質炭酸カルシウムおよび/または重質炭酸カルシ ウム1~ 150重量部

を主成分とする粘性流体封入ダンパー用のシリコーンオ イルコンパウンド組成物に関する。

#### [0005]

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。 本発明に用いられる(1) 成分のポリオルガノシロキサン の Rは、非置換または置換の同一または異種の炭素数 1 ~20の一価炭化水素基であり、具体例としては、例えば 20 メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシ ル、ヘプチル、オクチル、デシル、ドデシル、テトラデ シル、ヘキサデシル、オクタデシル等のアルキル基;シ クロペンチル、シクロヘキシル等のシクロアルキル基; フェニル、トリル等のアリール基、ならびにこれらの一 価炭化水素基が有する水素原子の一部がフッ素、塩素、 臭素等のハロゲン原子やシアノ基等によって置換された 置換炭化水素基、例えば3-トリフルオロプロピル基、 クロロメチル基等が挙げられる。これらの一個炭化水素 基のうち、特にメチル基およびフェニル基が好ましい。 また、ポリオルガノシロキサンの構造は、鎖状、分岐状 のいずれであってもよい。このような(1) 成分のポリオ ルガノシロキサンの粘度は25℃において5000cSt以上が 必要であり、好ましくは1万~ 100万cSt の範囲であ る。5000cSt 未満であると粘度の温度依存性が大きく、 100万センチストークスを越えると作業性が悪くなり、 粘性流体封入ダンパーとしての用途には制約を受ける。 【0006】本発明に用いられる(2) 成分のボリオルガ ノシルセスキオキサン粉末は、(3)の炭酸カルシウムと 並び、広範囲の温度における粘度変化を著しく小さくす 40 るもので、粉砕石英や珪藻土のようなシリカ系の粉末に 比べて、(1) 成分のポリオリガノシロキサンとの親和性 があり、凝集や沈降を起こしにくく、また配合による系 の粘度の経時変化も少ない。このようなポリオルガノシ ルセスキオキサン粉末は、公知の方法で製造すれば良 い。例えば、メチルトリクロロシランを噴霧中で加水分 解させるか、多量の水中にメチルトリクロロシランを滴 下して加水分解・縮合させる方法(ベルギー国特許第5 72412号公報)、メチルトリアルコキシシランなど をアルカリ金属炭酸塩またはアルカリ土類金属水酸化物 パーに好適なシリコーンオイルコンパウンド組成物を提 50 を含む水溶液中にて加水分解・縮合させる方法(特開昭

54-72300号公報)、さらにメチルトリアルコキ シシランをアンモニアまたはアミン類の水溶液中にて加 水分解・縮合させる方法 (特開昭60-13813号公 報)などの方法により得ることができる。このようにし て得られたポリオルガノシルセスキオキサン粉末の形状 は、真球状、不定形のどちらでも良く、またその粒度分 布は80%以上が平均粒子径の±30%の範囲にあるものが 好ましい。中でも適度な粘度が得られることから、不定 形のものが好ましい。ポリオルガノシルセスキオキサン 粉末の平均粒子径は、0.05~ 100µmが好ましく、さら 10 には0.1 ~50μ mがより好ましい。平均粒子径が0.05μ m未満であると製造が困難であり、また 100μmを越え ると製造が困難であるばかりでなく、本発明の目的を達 成することが困難となる。また、このようなポリオルガ ノシルセスキオキサン粉末は、単独でも平均粒子径が異 なる二種以上を併用して用いても良い。また、ポリオル ガノシルセスキオキサン粉末の有機置換基としては、メ チル、エチル等のアルキル基:ビニル、アリル等のアル ケニル基;フェニル、トリル等のアリール基が例示さ れ、中でもメチル基のみの場合が効果の点から好まし い。さらには、ポリオルガノシルセスキオキサン粉末に 含有される塩素量は100ppm以下が好ましく、さらに好ま しくは20ppm 以下である。塩素含有量が100ppmを越える と温度依存性が大きくなり、配合による系の粘度の経時 変化が大きい。ポリオルガノシルセスキオキサン粉末の 配合量は(1) 成分のポリオルガノシロキサン 100重量部 に対して5~ 200重量部、好ましくは10~ 150重量部で ある。5重量部未満ではポリオルガノシルセスキオキサ ン粉末を配合する効果がなく、200重量部を越えて配合 してもこの配合量に見合う効果が得られず、また、場合 30 によっては沈降を生ずることがある。

【0007】本発明に用いられる(3) 成分の炭酸カルシ ウムは(2) 成分のポリオルガノシルセスキオキサン粉末 と同時に配合した場合、広範囲の温度における粘度変化 を著しく小さくする本発明における特徴的な成分であ る。このような炭酸カルシウムには、軽質炭酸カルシウ ムおよび重質炭酸カルシウムが挙げられ、その表面は処 理されたもの(脂肪酸系、4級アミン塩系、ケイ酸系、 スルホン酸系等が挙げられる。)、未処理のもの、どち らでも良く、一種単独または二種以上を併用して用いて 40 も良い。また、炭酸カルシウムの平均粒径は、軽質炭酸 カルシウムであれば0.01~0.2µmのものが、重質炭酸 カルシウムであれば1~8μmのものが通常用いられ る。炭酸カルシウムの配合量は、(1) 成分のポリオルガ **ノシロキサン 100重量部に対して1~ 150重量部であ** る, 好ましくは5~ 150重量部である。配合量が1重量 部未満では炭酸カルシウムを配合する効果がなく、 150 重量部を越えて配合してもこの配合量に見合う効果が得 られず、また、場合によっては沈降を生ずることがあ る,

【0008】本発明に用いられる(1) 成分のポリオルガノシロキサン、(2) 成分のポリオルガノシルセスキオキサンおよび(3) 成分の炭酸カルシウムを混合する製造方法としては、均一に混合できれば問題はなく、混合装置も特に限定されるものではないが、本発明の組成物はペースト状またはグリース状の外観を呈するため、器内壁周縁部まで効率良く混合できるものを選択することが好ましい。例えば、万能混合機、プラネタリーミキサー等が本目的に適している。

【0009】また、本発明に用いられる(1) 成分、(2) 成分および(3) 成分の混合においては、溶媒を使用することも可能である。例えば、環状ジメチルシロキサン、鎖状ジメチルシロキサンの沸点が760mHg において 250 ℃以下のもの、あるいは、石油エーテル、軽油等の石油系溶剤、nーヘプタン、nーヘキサン、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレン等の炭化水素系溶剤、エタノール、イソプロパノール、ブタノール等のアルコール系溶剤等が挙げられる。このような溶剤は、組成物の混合後減圧下において留去すれば良い。

【0010】さらに、(1) 成分、(2) 成分および(3) 成分の混合は通常室温で行われるが、必要に応じて加熱または冷却して行っても良く、加熱する場合は、50~200 ℃、冷却する場合は、-10~10℃が好ましい。粘度変化に対する効果が良好なものとなることから、50~200 ℃で0.5~3時間加熱混合することが特に好ましい。【0011】

【発明の効果】本発明のシリコーンオイルコンパウンド 組成物は、広範囲の温度において粘度変化が小さく、特 に自動車用途の粘性流体封入ダンパーに好適である。ま た、経時的な粘度変化もなく長期的に使用できるもので ある。

## [0012]

【実施例】以下、本発明を実施例によってさらに説明するが、本発明はこれによって限定されるものではない。 これらの例において部は、重量部を表す。

#### 温度依存性の評価

ビスメトロンVS-A1型粘度計を用い、ローター No. 7、回転数1rpm の条件で、-10、25、50、80℃の粘度を測定した。25℃の粘度を基準として、-10~80℃における粘度の最大の変化率を求めることによって評価を行った。

#### 【0013】実施例1

3リットルの万能混合機に、25℃における粘度が10000c Stで、末端がトリメチルシリル基で封鎖されたポリジメチルシロキサン80部、平均粒径が25μmで形状が不定形のポリメチルシルセスキオキサン粉末76部および、軽質炭酸カルシウム(白石工業社製:白艶華U)24部を仕込み、1時間混合した。その後、さらに80℃、100mmHg 以下の条件で1時間均一に混合し、同一のポリジメチルシ50 ロキサン20部を加えて、室温まで冷却しながらさらに1

5

時間混合した。これにより白色で、ペースト状の組成物 を得た。

実施例2

表1の組成で行った以外は、実施例1と同様に行った。 実施例3~5 ずかであり、いずれの場合も最大で10%以下であった。 【0014】

加熱時の温度を 150℃、加熱時の混合時間を2時間に \*

【表1】

|             |                                  | 実施例1      | 実施例2        | 実施例3        | 実施例4      | 実施例 5     |
|-------------|----------------------------------|-----------|-------------|-------------|-----------|-----------|
|             | ポリジメチルシロキサン<br>(10000cSt)        | 100       | 100         | 100         | 100       |           |
| 組成          | ポリジメチルシロキサン<br>(100000cS1)       |           |             |             |           | 100       |
| (重量部)       | ポリメチルシルセスキオキサン<br>(不定形;平均粒径25μm) | 70        | 60          | 90          | 100       | 90        |
|             | 軽質炭酸カルシウム                        | 24        | 40          | 5           |           | 10        |
|             | 重賞炭酸カルシウム                        |           |             | 5           | 10        |           |
| 粘 度<br>(cP) | -10°C                            | 1,100,000 | 1,310,000   | 1, 340, 000 | 1,730,000 | 1.810.00  |
|             | 2 5 ℃                            | 1,030,000 | 1,280,000   | 1, 310, 000 | 1,640,000 | 1,700,000 |
|             | 50℃                              | 990,000   | 1, 230, 000 | 1, 270, 000 | 1,600,000 | 1,640,000 |
|             | 80℃                              | 930.000   | 1, 200, 000 | 1, 250, 000 | 1,520,000 | 1.550.000 |
| 粘度(         | の変化率 (%)                         | 9. 7      | 4.8         | 4.6         | 7.3       | 8.8       |

軽質炭散カルシウム(白石工業社製:白艶華U)

重費炭酸カルシウム (日東粉化工業社製:NS400)

【0015】比較例1~3

※3の場合はいずれも粘度変化は大きかった。

表2の組成で行った以外は実施例1と同様に行った。表 2に示す通り、炭酸カルシウムを配合しない比較例1~※ [0016]

【表2】

|         |                                   | 比較例1      | 比較例2        | 比較例3      |
|---------|-----------------------------------|-----------|-------------|-----------|
| 組成(重量部) | ポリジメチルシロキサン<br>(10000cSI)         | 100       | 100         |           |
|         | ポリジメチルシロキサン<br>(100000cSt)        |           |             | 100       |
|         | ポリメチルシルセスキオキサン<br>(不定形; 平均粒径25μm) | 96        | 105         | 96        |
|         | -10°C                             | 1,100,000 | 1.530,000   | 1,950,000 |
| 粘度      | 25℃                               | 940,000   | 1, 290, 000 | 1,700,000 |
| (cP)    | 50℃                               | 670.000   | 950,000     | 1,280,000 |
|         | 308                               | 500,000   | 770,000     | 1,050,000 |
| 粘度(     | の変化事(%)                           | 46.8      | 40.3        | 38. 2     |

•

\*し、表1の組成で行った以外は実施例1と同様に行っ

た。表1に示す通り、実施例1~5のどの場合において

もシリコーンオイルコンパウンド組成物の粘度変化はわ

# \* NOTICES \*

# Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

#### **DETAILED DESCRIPTION**

# [Detailed Description of the Invention]

10001

[Field of the Invention] In temperature with a wide range this invention, viscosity change is small and it is related with the suitable silicone-oil compound constituent especially for a viscous fluid enclosure damper.

[0002]

[Description of the Prior Art] Now, in each field of an automobile, construction, and the electrical and electric equipment and an electron, the interest about sound isolation and vibrationproofing increases and the isolator is also asked for the higher performance in connection with this. Recently, it is put in practical use by developing the damper of the type which enclosed viscous fluid with the interior of a rubber vibration insulator as what raised the damping characteristic. As this viscous fluid enclosed, although mineral oil and glycols have been used conventionally, when such viscous fluid is used, the temperature dependence of a damping characteristic is not greatly suitable for use. Then, recently, the silicone oil with small temperature dependence is used. Although the damping characteristic has improved to some extent by making viscous fluid to enclose into a silicone oil, in use at wide range temperature, such as low temperature in a cold district, and an elevated temperature at the time of midsummer, viscous fluid with still smaller temperature dependence was desired, for example like the automotive application. Moreover, sufficient effect was not acquired by addition combination of these particles, either, although the thing using the silicone-oil compound which mixed the particle in the silicone oil as viscous fluid was proposed by JP,6-78776,B.

[Objects of the Invention] Also in wide range temperature, viscosity change is small, and this invention aims at offering the suitable silicone-oil compound constituent for a viscous fluid enclosure damper, in order to solve the above-mentioned problem. [0004]

[Elements of the Invention] As a result of inquiring wholeheartedly that the above-mentioned purpose should be attained, by blending polyorgano silsesquioxane powder and a calcium carbonate with a polyorganosiloxane, this invention persons find out offering the suitable silicone-oil compound constituent for the viscous fluid enclosure damper with which the above-mentioned trouble was solved, and came to complete this invention. That is, this invention is (1). General formula (I) RaSiO(4-a)/2 (I

The viscosity in 25 degrees C shown by (R is the monovalent hydrocarbon group of the carbon numbers 1-20 that un-replacing or substitution is the same or of a different kind among a formula, and a is 1.9-2.1) is 5000cSt(s). The above polyorganosiloxane The 100 weight sections (2) The polyorgano silsesquioxane powder 5 - the 200 weight sections (3) A precipitated calcium carbonate and/or whiting 1 - the 150 weight sections. It is related with the silicone-oil compound constituent for viscous fluid enclosure dampers made into a principal component.

[Embodiments of the Invention] Hereafter, this invention is explained in detail. (1) used for this invention Polyorganosiloxane of a component R is the monovalent hydrocarbon group of the carbon numbers 1-20 that un-replacing or substitution is the same or of a different kind. as an example -- cycloalkyl machines, such as alkyl group; cyclopentyl, such as a methyl, ethyl, a propyl, butyl, a pentyl, a hexyl, a heptyl, an octyl, a desyl, a dodecyl, tetradecyl, hexadecyl one, and octadecyl, and cyclohexyl, -- aryl groups, such as; phenyl and tolyl, and the substitution hydrocarbon group by which a part of hydrogen atom which these monovalent hydrocarbon groups have be replaced by the row by halogen atoms, cyano groups, etc., such as a fluorine, chlorine, and a bromine, for example, 3 Especially a methyl group and a phenyl group are desirable among these monovalent hydrocarbon groups. Moreover, the structure of a polyorganosiloxane may be any of the shape of a chain, and the letter of branching. such (1) the viscosity of the polyorganosiloxane of a component -- 25 degrees C -- setting -- 5000 or more cSts -- required -- desirable -- 10,000- 1 million -- cSt It is a range. 5000cSt(s) The temperature dependence of viscosity is large in it being the following. If 1 million centistokes are exceeded, workability will become bad and restrictions will be received in the use as a viscous fluid enclosure damper.

[0006] (2) used for this invention It ranks with the calcium carbonate of (3), viscosity change in wide range temperature is made remarkably small, it compares with the powder of a silica system like a trituration quartz or diatomaceous earth, and the polyorgano silsesquioxane powder of a component is (1). There is compatibility with the poly oregano siloxane of a component, and it is hard to cause condensation and sedimentation, and there is also little aging of the viscosity of the system by combination. What is necessary is just to manufacture such polyorgano silsesquioxane powder by the well-known method. For example, the method of which is spraying a methyltrichlorosilane, and is made to understand an added water part, or trickles a

methyltrichlorosilane into underwater [ a lot of ], and hydrolysis and condensation are done (the Belgium country patent No. 572412 official report), It can obtain by methods, such as a method (JP,54-72300,A) of making methyl trialkoxysilane etc. hydrolyzing and condensing in the solution containing an alkali-metal carbonate or an alkaline-earth-metal hydroxide, and a method (JP,60-13813,A) of making methyl trialkoxysilane hydrolyze and condense in ammonia or the solution of amines further! Thus, either a true globular shape or an indeterminate form is OK as the configuration of the obtained polyorgano silsesquioxane powder, and, as for the particle size distribution, what has 80% or more in \*\*30% of range of a mean particle diameter is desirable. Since moderate viscosity is obtained especially, the thing of an indeterminate form is desirable. The mean particle diameter of polyorgano silsesquioxane powder has 0.05 to 100 desirable micrometer, and its further 0.1-50 micrometers are more desirable, a mean particle diameter is less than 0.05 micrometers -- manufacture -- difficult -- moreover -- If 100 micrometers is exceeded, it will become difficult manufacture to be not only difficult, but to attain the purpose of this invention. Moreover, even if independent, such polyorgano silsesquioxane powder may use together two or more sorts from which a mean particle diameter differs, and may be used moreover -- as the organic substituent of polyorgano silsesquioxane powder -- alkenyl machines, such as alkyl group; vinyls, such as a methyl and ethyl, and an allyl compound, -- aryl groups, such as; phenyl and tolyl, are illustrated and the case of only a methyl group is desirable from the point of an effect especially Furthermore, for the chlorinity contained to polyorgano silsesquioxane powder, 100 ppm or less are 20 ppm desirable still more preferably. It is the following. If a chlorine content exceeds 100 ppm, it will be large temperature-independent, and aging of the viscosity of the system by combination is large, the loadings of polyorgano silsesquioxane powder -- (1) Polyorganosiloxane of a component the 100 weight sections -receiving -- the 5 - 200 weight section -- it is the 10 - 150 weight section preferably Under in 5 weight sections, there is no effect which blends polyorgano silsesquioxane powder, even if it blends exceeding the 200 weight sections, the effect of balancing these loadings is not acquired, and sedimentation may be produced depending on the case.

[0007] (3) used for this invention The calcium carbonate of a component is (2). When it blends simultaneously with the polyorgano silsesquioxane powder of a component, it is a characteristic component in this invention which makes remarkably small viscosity change in wide range temperature. that (a fatty-acid system, the 4th class amine salt system, a silicic-acid system, a sulfonic-acid system, etc. are mentioned.) by which a precipitated calcium carbonate and whiting were mentioned to such a calcium carbonate, and the front face was processed, an unsettled thing, and which -- \*\*\*\*\*\* -- a kind -- you may use together and use independent or two sorts or more Moreover, if the mean particle diameter of a calcium carbonate is a precipitated calcium carbonate and a 0.01-0.2-micrometer thing is whiting, a 1-8-micrometer thing will usually be used. The loadings of a calcium carbonate are (1). Polyorganosiloxane of a component It is the 1 - 150 weight section to the 100 weight sections. It is the 5 - 150 weight section preferably, there is no effect that loadings blend a calcium carbonate under in 1 weight section -- even if it blends exceeding the 150 weight sections, the effect of balancing these loadings is not acquired, and sedimentation may be produced depending on the case

[0008] (1) used for this invention The polyorganosiloxane of a component, and (2) The polyorgano silsesquioxane of a component, and (3) As the manufacture method which mixes the calcium carbonate of a component, although it will be satisfactory if uniformly mixable, and especially mixed equipment is not limited, either, as for the constituent of this invention, it is desirable to choose a thing efficiently mixable to the vessel wall periphery section in order to present the appearance of the shape of the shape of a paste, and grease. For example, the omnipotent mixer, the planetary mixer, etc. fit this purpose.

[0009] Moreover, (1) used for this invention A component and (2) A component and (3) In mixture of a component, it is also possible to use a solvent. For example, the boiling point of annular dimethylsiloxane and chain-like dimethylsiloxane is 760mmHg(s). It sets. Alcohols solvents, such as hydrocarbon system solvents, such as petroleum solvents, such as a thing 250 degrees C or less or the petroleum ether, and gas oil, n-heptane, n-hexane, a cyclohexane, benzene, toluene, and a xylene, ethanol, an isopropanol, and a butanol, etc. are mentioned. What is necessary is just to distill off such a solvent under after [ mixture ] reduced pressure of a constituent.

[0010] Furthermore, (1) A component and (2) A component and (3) Although mixture of a component is usually performed at a room temperature, 50-200 \*\* and when you may carry out by heating or cooling if needed, and it heats, and cooling, -10-10 degrees C is desirable. especially the thing that the effect over viscosity change 50-200 \*\* shows up and does for heating mixture from a good thing and a good bird clapper for 0.5 to 3 hours is desirable

[Effect of the Invention] In wide range temperature, the silicone-oil compound constituent of this invention has a small viscosity change, and it is especially suitable for it to the viscous fluid enclosure damper of an automotive application. Moreover, there is also no viscosity change with time and it can be used in the long run.

[Example] Hereafter, this invention is not limited by this although an example explains this invention further. In these examples, the section expresses the weight section.

The evaluation BISUME TRON VS-A1 type viscometer of temperature dependence is used, and it is a rotor. No.7 and rotational frequency 1rpm On conditions, -10, 25 and 50, and the viscosity of 80 degrees C were measured. It evaluated by asking for the greatest rate of change of the viscosity in -10-80 degrees C on the basis of the viscosity of 25 degrees C.

[0013] By 25 micrometers, the configuration taught the poly methyl silsesquioxane powder 76 section of an indeterminate form, and the precipitated-calcium-carbonate (Shiroishi industrial company make: white \*\*\*\* U) 24 section, and the poly dimethylsiloxane 80 section and the mean particle diameter by which the viscosity in 25 degrees C was blocked by 10000cSt(s) by the omnipotent mixer of 131, of examples, and the end was blocked with the trimethylsilyl machine were mixed for 1 hour. Then, 80 more degrees C and 100mmHg It mixed to homogeneity on condition that the following for 1 hour, the poly

dimethylsiloxane 20 same section was added, and it mixed for further 1 hour, cooling to a room temperature. Thereby, it was white and the paste-like constituent was obtained.

It carried out like the example 1 except having carried out by composition of example 2 table 1.

Temperature at the time of an example 3 - 5 heating The mixing time at the time of 150 degrees C and heating was carried out in 2 hours, and it carried out like the example 1 except having carried out by composition of Table 1. In the case of an example 1 - 5 throats, viscosity change of a silicone-oil compound constituent was slight, and, in any case, it was 10% or less at the maximum as shown in Table 1.

[0014]

[Table 1]

|       |                                   | 实施例 1     | 実施例2      | 実施例3      | 実施例 4     | 実施例 5     |
|-------|-----------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|       | ポリジメチルシロキサン<br>(10000cSt)         | 100       | 100       | 100       | 100       |           |
| 組成    | ポリジメチルシロキサン<br>(100000cSt)        |           |           |           |           | 100       |
| (重量部) | ポリメチルシルセスキオキサン<br>(不定形; 平均粒径25μm) | 70        | 60        | 90        | 100       | 90        |
|       | 軽質炭酸カルシウム                         | 24        | 40        | 5         |           | 10        |
|       | 重質炭酸カルシウム                         |           |           | 5         | 10        |           |
|       | -10°C                             | 1,100,000 | 1,310,000 | 1.340.000 | 1.730.000 | 1.810,000 |
| 粘度    | 25℃                               | 1,030,000 | 1.280,000 | 1,310,000 | 1,640,000 | 1.700.000 |
| (cP)  | 5 0 °C                            | 990,000   | 1,230,000 | 1.270.000 | 1,600,000 | 1,640,000 |
|       | 308                               | 930.000   | 1,200,000 | 1.250,000 | 1,520,000 | 1.550.000 |
| 度(    | の変化率 (%)                          | 9. 7      | 4.8       | 4.6       | 7.3       | 8.8       |

軽質炭酸カルシウム(白石工業社製:白艶華U)

**重質炭酸カルシウム (日東粉化工業社製:NS400)** 

[0015] It carried out like the example 1 except having carried out by composition of one to example of comparison 3 table 2. In the case of example of comparison 1-<TXF FR=0004 HE=015 WI=080 LX=1100 LY=1550> 3 which do not blend a calcium carbonate, viscosity change was all large as shown in Table 2.

[0016]

[Table 2]

|          |                                  | 比較例1        | 比較例2        | 比較例3      |
|----------|----------------------------------|-------------|-------------|-----------|
| de es    | ポリジメチルシロキサン<br>(10000cSl)        | 100         | 100         |           |
| 組 成(重量部) | ポリジメチルシロキサン<br>(100000cSt)       |             |             | 100       |
|          | ポリメチルシルセスキオキサン<br>(不定形;平均粒径25μm) | 96          | 105         | 96        |
|          | -10°C                            | 1, 100, 000 | 1, 530, 000 | 1,960,000 |
| 粘度       | 2 5 °C                           | 940,000     | 1,290,000   | 1,700,000 |
| (cP)     | 50℃                              | 670,000     | 950,000     | 1,280,000 |
|          | 8 0 %                            | 500,000     | 770.000     | 1.050.000 |
| 粘度(      | か変化率 (%)                         | 46.8        | 40.3        | 38. 2     |

[Translation done.]